

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-081479

(43)Date of publication of application : 27.03.2001

(51)Int.Cl.

C10K 1/12

(21)Application number : 11-261746

(71)Applicant : KAWASAKI STEEL CORP

(22)Date of filing : 16.09.1999

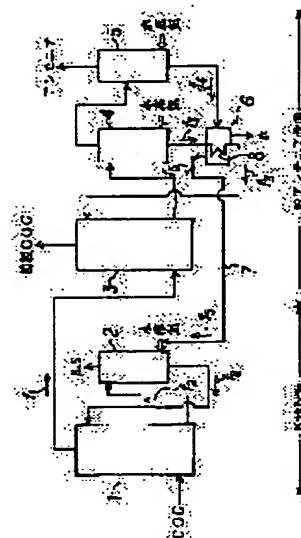
(72)Inventor : SATO KOJI  
NAKAI SUSUMU

## (54) METHOD AND APPARATUS FOR PURIFYING COKE OVEN GAS

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method and apparatus for purifying a coke oven gas whereby the desulfurization efficiency can be enhanced by increasing the ammonia concentration in an absorption liquid of a desulfurization tower by using a high-concentration ammonia vapor containing no impurity.

SOLUTION: This method comprises a desulfurization step having a desulfurization tower 1 using an aqueous ammonia water as an absorption liquid and a desulfurization absorption-liquid regeneration tower 2 and a deammoniation step having an ammonia absorption tower 3 using an aqueous ammonium dihydrogenphosphate solution as an absorption liquid, an ammonia stripper 4, and an ammonia distillation tower 5. A bottom liquid flowing out of the bottom of the ammonia distillation tower is indirectly heated with a bottom liquid flowing out of the bottom of the ammonia stripper to evaporate ammonia, and the resultant ammonia vapor is supplied to the desulfurization absorption-liquid regeneration tower and/or the desulfurization tower.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 コークス炉ガスの脱硫工程と、脱アンモニア工程を有するコークス炉ガスの精製方法であって、前記脱硫工程が、アンモニア水溶液を吸収液とする脱硫塔と、該脱硫塔から抜き出される吸収液を再生する脱硫吸収液再生塔を有する脱硫工程で、前記脱アンモニア工程が、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔と、該アンモニア吸収塔から抜き出される吸収液中のアンモニアを蒸発せしめるアンモニアストリッパーと、該アンモニアストリッパーから流出するアンモニア蒸気を精製するアンモニア蒸留塔を有する脱アンモニア工程で、前記アンモニアストリッパーの塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液であるボトム液によって前記アンモニア蒸留塔の塔底から流出するアンモニア含有ボトム液を間接的に加熱し、アンモニアを蒸発せしめ、得られたアンモニア蒸気を、前記脱硫吸収液再生塔および／または前記脱硫塔に供給すること

を特徴とするコークス炉ガスの精製方法。

【請求項 2】 コークス炉ガスの脱硫設備と、脱アンモニア設備を有するコークス炉ガスの精製設備であって、前記脱硫設備が、アンモニア水溶液を吸収液とする脱硫塔(1)と、該脱硫塔(1)から抜き出される吸収液を再生する脱硫吸収液再生塔(2)とから構成され、前記脱アンモニア設備が、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔(3)と、該アンモニア吸収塔(3)から抜き出される吸収液中のアンモニアを蒸発せしめるアンモニアストリッパー(4)と、該アンモニアストリッパー(4)から流出するアンモニア蒸気を精製するアンモニア蒸留塔(5)とから構成され、前記アンモニアストリッパー(4)の塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液であるボトム液と前記アンモニア蒸留塔(5)の塔底から流出するアンモニア含有ボトム液とを間接熱交換し、該アンモニア含有ボトム液からアンモニアを蒸発せしめアンモニア蒸気を得るためのアンモニア濃縮装置(6)と、該アンモニア濃縮装置(6)で得られたアンモニア蒸気を前記脱硫吸収液再生塔(2)および／または前記脱硫塔(1)に供給するアンモニア蒸気供給配管系統(7、9)を有することを特徴とするコークス炉ガスの精製設備。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、コークス炉ガスの脱硫、脱アンモニアのためのコークス炉ガスの精製方法および精製設備に関し、特に、脱硫効率を向上させることが可能なコークス炉ガスの精製方法および精製設備に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 コークス炉ガス中には硫黄化合物およびアンモニアが含まれ、コークス炉においては、コークス炉ガスの脱硫、脱アンモニアのためのコークス炉ガスの

精製設備が付設されている。コークス炉ガス中の硫黄化合物は、主に硫化水素 ( $\text{H}_2\text{S}$ ) であり、その含有量は約  $3 \sim 7 \text{ g/Nm}^3$  である。

【0003】 コークス炉ガスの脱硫法としては、湿式法および乾式法が挙げられるが、大容量のガス処理には湿式法が多く用いられる。湿式脱硫法としては、ダイヤモンド法、タカハックス法、フマックス・ロダックス法などが用いられている。また、コークス炉ガスの脱アンモニア法としては、コークス炉ガスをリン酸二水素アンモニウム ( $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ ) 水溶液と接触せしめるフォサム法が用いられている。

【0004】 前記した湿式脱硫法であるダイヤモンド法は、脱硫塔においてコークス炉ガスとアンモニア水を向流に接触させることによって、コークス炉ガス中の硫化水素 ( $\text{H}_2\text{S}$ ) をアンモニア水で選択的に吸収する吸収工程、吸収液から  $\text{H}_2\text{S}$  をストリッピングする吸収液の再生工程で構成されている。また、フマックス・ロダックス法、タカハックス法は、脱硫吸収液の吸収剤として  $\text{NH}_4\text{OH}$  または  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  を用い、コークス炉ガスを脱硫塔で吸収液と接触させガス中の  $\text{H}_2\text{S}$  を吸収する吸収工程と、脱硫後の吸収液中の硫黄化合物を空気と触媒の作用により酸化しコロイド状硫黄を生成すると共に、吸収液を再生する再生工程で構成されている。

【0005】 湿式脱硫法としては、ダイヤモンド法が廃液処理量が少ないという利点を有しているが、脱硫率が他の方式に比べて低く、脱硫率の向上が求められていた。また、フマックス・ロダックス法、タカハックス法においても脱硫率のさらなる向上が求められていた。脱硫塔で硫化水素の吸収効率を上げる手段としては、例えば、ダイヤモンド法においては、下記①～④の方法が採用されているが、いずれの場合も消費エネルギーの増加もしくは設備投資の増加を招く。

【0006】 ①熱交による吸収塔の平均操作温度の低下  
②吸収液とコークス炉ガスとの流量比の増加  
③吸収液の再生工程における硫化水素除去率の向上による脱硫塔入口の吸収液中の硫化水素濃度低減  
④吸収塔の段数、スプレーポンプ台数の増加

一方、吸収液自体の脱硫性能を向上する方法として、吸収液中のアンモニア濃度の増加によって脱硫性能を向上させるために、コークス炉ガス液 (安水) をストリッピングしたアンモニア蒸気を脱硫塔に供給する方法が知られている。

【0007】 しかし、コークス炉ガス液のストリッピングによって得られるアンモニア蒸気は、アンモニア濃度が低く、吸収液中のアンモニア濃度の増加が困難であった。また、上記した方法の場合、アンモニア蒸気中に硫化水素、炭酸ガス、シアン化合物などの不純物が多量に含まれ、この結果、脱硫効率が低下する場合があった。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、前記した従

来技術の問題点を解決し、高濃度で不純物を含まないアンモニア蒸気を用いて脱硫塔の吸収液中のアンモニア濃度を増加させ、脱硫効率を向上させることが可能なコークス炉ガスの精製方法および精製設備を提供することを目的とする。

#### 【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記した問題点を解決するために鋭意検討した結果、下記知見

(1)～(4)を見出し本発明に至った。

(1) フォサム法脱アンモニア設備における余剰の熱の回収：フォサム法による脱アンモニア設備においては、高温・高圧条件でアンモニアのストリッピングを行うため、プロセス内に余剰の熱が発生する。

【0010】特に、フォサム法による脱アンモニア設備において、アンモニアストリッパーの塔底液が高温であり、熱回収の余地がある。

(2) アンモニア蒸留塔塔底抜き出し液の利用：アンモニア蒸留塔塔底抜き出し液中には低濃度ではあるがアンモニアが含まれ、上記抜き出し液を加熱して得られたアンモニア蒸気を脱硫吸収液に添加することによって脱硫吸収液の脱硫性能を向上することができる。

【0011】(3) アンモニアストリッパーの高温塔底液の保有顕熱の利用によるアンモニア蒸留塔塔底抜き出し液中のアンモニアの蒸発、濃縮：アンモニアストリッパーの高温塔底液の保有顕熱を利用し、例えば該高温塔底液とアンモニア蒸留塔塔底抜き出し液とを間接熱交換することによって、アンモニア蒸留塔塔底抜き出し液中のアンモニアを蒸発せしめ高濃度のアンモニア蒸気を得ることができる。

【0012】また、得られる高濃度のアンモニア蒸気を脱硫吸収液に添加することによって脱硫吸収液の脱硫性能を向上することができる。

(4) 上記した(3)の方法を採用することによって、従来有効に活用されていなかったアンモニア蒸留塔塔底抜き出し液およびフォサム法脱アンモニア設備における余剰の熱の両者を有効に活用すると共に、脱硫吸収液の脱硫性能を向上することができる。

【0013】すなわち、第1の発明は、コークス炉ガスの脱硫工程と、脱アンモニア工程を有するコークス炉ガスの精製方法であって、前記脱硫工程が、アンモニア水溶液を吸収液とする脱硫塔と、該脱硫塔から抜き出される吸収液を再生する脱硫吸収液再生塔を有する脱硫工程で、前記脱アンモニア工程が、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔と、該アンモニア吸収塔から抜き出される吸収液中のアンモニアを蒸発せしめるアンモニアストリッパーと、該アンモニアストリッパーから流出するアンモニア蒸気を精製するアンモニア蒸留塔を有する脱アンモニア工程で、前記アンモニアストリッパーの塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液であるボトム液によって前記アンモニア

蒸留塔の塔底から流出するアンモニア含有ボトム液を間接的に加熱し、アンモニアを蒸発せしめ、得られたアンモニア蒸気を、前記脱硫吸収液再生塔および／または前記脱硫塔に供給することを特徴とするコークス炉ガスの精製方法である。

【0014】前記した第1の発明の第1の好適態様のコークス炉ガスの精製方法は、コークス炉ガスの脱硫工程と、該脱硫工程の後工程の脱アンモニア工程を有するコークス炉ガスの精製方法であって、前記脱硫工程が、アンモニア水溶液を吸収液とする脱硫塔と、該脱硫塔から抜き出される吸収液を再生する脱硫吸収液再生塔を有する脱硫工程で、前記脱アンモニア工程が、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔と、該アンモニア吸収塔から抜き出される吸収液中のアンモニアを蒸発せしめるアンモニアストリッパーと、該アンモニアストリッパーから流出するアンモニア蒸気を精製するアンモニア蒸留塔を有する脱アンモニア工程で、前記アンモニアストリッパーの塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液であるボトム液によって前記アンモニア蒸留塔の塔底から流出するアンモニア含有ボトム液を間接的に加熱し、アンモニアを蒸発せしめ、得られたアンモニア蒸気を、前記脱硫吸収液再生塔および／または前記脱硫塔に供給することを特徴とするコークス炉ガスの精製方法である。

【0015】また、前記した第1の発明の第2の好適態様のコークス炉ガスの精製方法は、コークス炉ガスの脱アンモニア工程と、該脱アンモニア工程の後工程の脱硫工程を有するコークス炉ガスの精製方法であって、前記脱硫工程が、アンモニア水溶液を吸収液とする脱硫塔と、該脱硫塔から抜き出される吸収液を再生する脱硫吸収液再生塔を有する脱硫工程で、前記脱アンモニア工程が、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔と、該アンモニア吸収塔から抜き出される吸収液中のアンモニアを蒸発せしめるアンモニアストリッパーと、該アンモニアストリッパーから流出するアンモニア蒸気を精製するアンモニア蒸留塔を有する脱アンモニア工程で、前記アンモニアストリッパーの塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液であるボトム液によって前記アンモニア蒸留塔の塔底から流出するアンモニア含有ボトム液を間接的に加熱し、アンモニアを蒸発せしめ、得られたアンモニア蒸気を、前記脱硫吸収液再生塔および／または前記脱硫塔に供給することを特徴とするコークス炉ガスの精製方法である。

【0016】第2の発明は、コークス炉ガスの脱硫設備と、脱アンモニア設備を有するコークス炉ガスの精製設備であって、前記脱硫設備が、アンモニア水溶液を吸収液とする脱硫塔1と、該脱硫塔1から抜き出される吸収液を再生する脱硫吸収液再生塔2とから構成され、前記脱アンモニア設備が、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔3と、該アンモニア吸

収塔 3 から抜き出される吸収液中のアンモニアを蒸発せしめるアンモニアストリッパ 4 と、該アンモニアストリッパ 4 から流出するアンモニア蒸気を精製するアンモニア蒸留塔 5 とから構成され、前記アンモニアストリッパ 4 の塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液であるボトム液と前記アンモニア蒸留塔 5 の塔底から流出するアンモニア含有ボトム液とを間接熱交換し、アンモニア含有ボトム液からアンモニアを蒸発せしめアンモニア蒸気を得るためのアンモニア濃縮装置 6 と、該アンモニア濃縮装置 6 で得られたアンモニア蒸気を前記脱硫吸収液再生塔 2 および／または前記脱硫塔 1 に供給するアンモニア蒸気供給配管系統 7、9 を有することを特徴とするコークス炉ガスの精製設備である。

【0017】前記した第 2 の発明の第 1 の好適態様のコークス炉ガスの精製設備は、コークス炉ガスの脱硫設備と、該脱硫設備の後工程の脱アンモニア設備を有するコークス炉ガスの精製設備であって、前記脱硫設備が、アンモニア水溶液を吸収液とする脱硫塔 1 と、該脱硫塔 1 から抜き出される吸収液を再生する脱硫吸収液再生塔 2 とから構成され、前記脱アンモニア設備が、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔 3 と、該アンモニア吸収塔 3 から抜き出される吸収液中のアンモニアを蒸発せしめるアンモニアストリッパ 4 と、該アンモニアストリッパ 4 から流出するアンモニア蒸気を精製するアンモニア蒸留塔 5 とから構成され、前記アンモニアストリッパ 4 の塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液であるボトム液と前記アンモニア蒸留塔 5 の塔底から流出するアンモニア含有ボトム液とを間接熱交換し、アンモニア含有ボトム液からアンモニアを蒸発せしめアンモニア蒸気を得るためのアンモニア濃縮装置 6 と、該アンモニア濃縮装置 6 で得られたアンモニア蒸気を前記脱硫吸収液再生塔 2 および／または前記脱硫塔 1 に供給するアンモニア蒸気供給配管系統 7、9 を有することを特徴とするコークス炉ガスの精製設備である。

【0018】また、前記した第 2 の発明の第 2 の好適態様のコークス炉ガスの精製設備は、コークス炉ガスの脱アンモニア設備と、該脱アンモニア設備の後工程の脱硫設備を有するコークス炉ガスの精製設備であって、前記脱硫設備が、アンモニア水溶液を吸収液とする脱硫塔 1 と、該脱硫塔 1 から抜き出される吸収液を再生する脱硫吸収液再生塔 2 とから構成され、前記脱アンモニア設備が、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔 3 と、該アンモニア吸収塔 3 から抜き出される吸収液中のアンモニアを蒸発せしめるアンモニアストリッパ 4 と、該アンモニアストリッパ 4 から流出するアンモニア蒸気を精製するアンモニア蒸留塔 5 とから構成され、前記アンモニアストリッパ 4 の塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液であるボトム液と前記アンモニア蒸留塔 5 の塔底から流出するアン

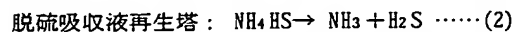
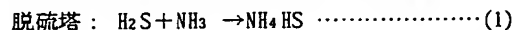
モニア含有ボトム液とを間接熱交換し、アンモニア含有ボトム液からアンモニアを蒸発せしめアンモニア蒸気を得るためのアンモニア濃縮装置 6 と、該アンモニア濃縮装置 6 で得られたアンモニア蒸気を前記脱硫吸収液再生塔 2 および／または前記脱硫塔 1 に供給するアンモニア蒸気供給配管系統 7、9 を有することを特徴とするコークス炉ガスの精製設備である。

#### 【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明をさらに詳細に説明する。図 1 に、本発明のコークス炉ガス精製設備の一例をフローシート（側面図）によって示す。なお、図 1 において、1 は脱硫塔、2 は脱硫吸収液再生塔、3 はアンモニア吸収塔、4 はアンモニアストリッパ、5 はアンモニア蒸留塔、6 は高濃度アンモニア蒸気回収用のアンモニア濃縮装置（：間接熱交換器）、7 はアンモニア蒸気供給配管系統、8 はアンモニア濃縮装置内に配設されたアンモニアストリッパ塔底ボトム液の流通パイプ、f<sub>1</sub> はコークス炉ガス（以下 COG とも記す）の流通方向、f<sub>2</sub> は脱硫吸収液の送液方向、f<sub>3</sub> はアンモニアストリッパ塔底ボトム液の送液方向、f<sub>4</sub> はアンモニア蒸留塔塔底ボトム液の送液方向、f<sub>5</sub> は高濃度アンモニア蒸気の流通方向を示す。

【0020】図 1 に示すコークス炉ガス精製設備においては、下記のようにコークス炉ガスの脱硫、脱アンモニアが行われる。すなわち、コークス炉ガス（：COG）は、脱硫塔 1 においてアンモニア水溶液によって H<sub>2</sub>S が除去される。脱硫塔から抜き出された吸収液は、脱硫吸収液再生塔 2 において水蒸気加熱によって再生され、脱硫塔 1 に再循環される。

【0021】なお、上記したダイヤモンド法による脱硫においては、下記反応式(1)、(2)によって COG の脱硫および脱硫吸収液の再生が行われる。



すなわち、ダイヤモンド法は、脱硫塔 1 においてコークス炉ガス（：COG）とアンモニア水を向流に接触させることによって、COG 中の硫化水素（H<sub>2</sub>S）をアンモニア水で選択的に吸収する脱硫工程と硫化水素をストリッピングする脱硫吸収液の再生工程で構成されている。

【0022】脱硫後の COG は、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするアンモニア吸収塔 3 に送給され、脱アンモニアが行われ、精製 COG が得られる。アンモニア吸収塔 3 の塔底から抜き出される吸収液は、アンモニアストリッパ 4 へ送液され、水蒸気加熱によってアンモニアが蒸発し、アンモニア蒸気はアンモニア蒸留塔 5 において精製され、精製アンモニアはその後の冷却によって液安として回収される。

【0023】なお、上記したフォサム法による脱アンモニアにおいては、下記反応式(3)、(4)によって COG

の脱アンモニアおよび吸収液の再生が行われる。

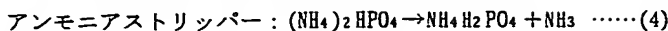
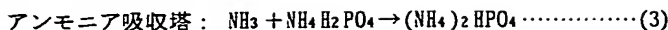


図 1 に示すように、本発明においては、脱アンモニア設備（フォサム法）のアンモニアストリッパー 4 の塔底から流出するリン酸二水素アンモニウム水溶液である高温のボトム液（アンモニアストリッパー塔底ボトム液）を熱源としてアンモニア蒸留塔 5 の塔底ボトム液中のアンモニアを蒸発せしめ、得られる高濃度アンモニア蒸気を、脱硫吸収液再生塔 2 に供給する。

【0024】すなわち、前記したように、リン酸二水素アンモニウム水溶液を吸収液とするフォサム法による脱アンモニア設備においては、高温・高圧条件でアンモニアのストリッピングを行うため、アンモニアストリッパー塔底ボトム液が高温である。本発明においては、アンモニアストリッパーの高温塔底ボトム液の保有顕熱を利用し、好ましくは、該高温塔底ボトム液とアンモニア蒸留塔塔底ボトム液とを間接熱交換することによって、アンモニア蒸留塔塔底ボトム液中のアンモニアを蒸発せしめ高濃度のアンモニア蒸気を得る。

【0025】なお、アンモニア蒸気のアンモニア濃度は、アンモニア蒸留塔 5 の操作温度を操作することによって制御できる。脱硫吸収液中のアンモニア濃度は、コークス炉ガス中のアンモニア濃度との気液平衡で決まり、脱硫吸収液のアンモニア濃度を増加するためには、脱硫塔におけるコークス炉ガスと吸収液のアンモニア濃度に関する気液平衡に対して十分高濃度のアンモニア蒸気を脱硫吸収液に供給する必要がある、従来脱硫吸収液のアンモニア濃度を増加することが困難であった。

【0026】これに対して、本発明によれば、得られる高濃度のアンモニア蒸気を、脱硫設備の脱硫吸収液再生塔のストリッピング蒸気の一部として利用することにより、脱硫吸収液中のアンモニア濃度が従来の 2 倍程度に上昇し、コークス炉ガスの脱硫率が向上した。なお、アンモニアストリッパー 4 の塔底から流出するボトム液によってアンモニア蒸留塔 5 の塔底から流出するボトム液を加熱し、アンモニアを蒸発せしめる装置としては、アンモニアストリッパー 4 の塔底から流出する高温のボトム液（リン酸二水素アンモニウム水溶液）とアンモニア蒸留塔 5 の塔底から流出するボトム液とを間接熱交換し、アンモニア蒸留塔塔底ボトム液からアンモニアを蒸発せしめ高濃度のアンモニア蒸気を得るアンモニア濃縮装置 6 を用いることができる。

【0027】すなわち、上記したアンモニア濃縮装置 6 は、例えば図 1 に示すように、熱交換器の内部に高温のアンモニアストリッパー塔底ボトム液の流通パイプ（フィン付蛇管）8 を配設しその外部にアンモニア蒸留塔塔底ボトム液を流通する間接熱交換器を用いることができる。また、上記した流通パイプ 8 としては、蛇管の外面にフィンを取付けたフィン付蛇管を用いることが好まし

い。

【0028】上記した間接熱交換器においては、アンモニア蒸留塔塔底ボトム液が加熱され、アンモニアが蒸発し、高濃度のアンモニア蒸気が上方の配管中に流出し、アンモニア蒸気供給配管系統 7 によって脱硫吸収液再生塔 2 へ送給されると共に、アンモニアが除去されたアンモニア蒸留塔塔底ボトム液の水が下方の配管中に排出される。

【0029】本発明によれば、上記した方法を採用することによって、下記(1)～(3)の優れた効果が得られる。

(1) 脱硫吸収液の脱硫性能の向上：アンモニア蒸留塔塔底抜き出し液からアンモニアを回収することによって、硫化水素、炭酸ガス、シアン化合物などの脱硫効率の低下を招く不純物を含まない高濃度のアンモニア蒸気が得られ、得られたアンモニア蒸気を脱硫吸収液に添加することによって、脱硫吸収液の脱硫性能を向上することができる。

【0030】(2) 廃液、余剰の熱の有効利用：従来有効に活用されていなかったアンモニア蒸留塔塔底抜き出し液およびフォサム法脱アンモニア設備における余剰の熱の両者を有効に活用することができる。

(3) アンモニアを蒸気の状態脱硫吸収液再生塔に供給するため、脱硫吸収液再生塔のストリッピング蒸気が削減できる。

【0031】以上、本発明をダイヤモンド法による脱硫設備を有するコークス炉ガスの精製方法、精製設備に適用した場合について説明したが、本発明は、フマックス・ロダックス法もしくはタカハックス法による脱硫設備を有するコークス炉ガスの精製方法、精製設備に適用することも可能である。図 2 に、上記した脱硫設備を配設した本発明のコークス炉ガス精製設備の一例をフローシート（側面図）によって示す。

【0032】なお、図 2 において、9 はアンモニア蒸気供給配管系統、10 は固液分離装置、11 は廃液処理装置、12 は硫黄であり、その他の符号は図 1 と同一の内容を示す。フマックス・ロダックス法、タカハックス法の脱硫設備においては、脱硫塔 1 の脱硫吸収液の吸収剤として  $\text{NH}_4\text{OH}$  または  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  を用いるが、以下、本発明に係る脱硫吸収液の吸収剤として  $\text{NH}_4\text{OH}$  を用いるコークス炉ガスの精製方法、精製設備に関して述べる。

【0033】フマックス・ロダックス法の脱硫設備においては、触媒としてピクリン酸を用い、タカハックス法の脱硫設備においては、触媒としてナフトキノンスルホン酸ソーダを用いる。図 2 に示す脱硫設備の脱硫法の原理は、下記のとおりである。すなわち、コークス炉ガスを脱硫塔 1 内で  $\text{NH}_4\text{OH}$  を含有する脱硫吸収液と接触さ

せ、ガス中の $\text{H}_2\text{S}$ を吸収除去する。

【0034】この際、他の酸性ガス（HCN、 $\text{CO}_2$ など）も同時に吸収される。 $\text{H}_2\text{S}$ を吸収した脱硫吸収液は脱硫吸収液再生塔2に送液され、吸収液中の硫黄化合物が空気と触媒の作用により酸化されてコロイド状硫黄を生成し、脱硫吸収液はもとの $\text{NH}_4\text{OH}$ 含有脱硫吸収液に再生される。吸収液を循環使用していると副反応としてロダン、チオ硫酸塩などが生成し蓄積してくるので、循環吸収液の一部を抜き出し、コロイド状硫黄を固液分離装置10で分離した後、吸収液の一部を廃液処理装置11で処理する。

【0035】図2に示すコークス炉ガス精製設備の脱アンモニア設備は、前記した図1と同一のフォサム法による脱アンモニア設備である。また、高濃度のアンモニア蒸気の回収方法は、前記した図1と同様に、脱アンモニア設備のアンモニアストリッパ4の塔底から流出する高温のボトム液（リン酸二水素アンモニウム水溶液）を熱源としてアンモニア蒸留塔5のボトム液中のアンモニアを蒸発せしめ、高濃度のアンモニア蒸気を回収する方法である。

【0036】一方、図2に示すコークス炉ガス精製設備においては、得られた高濃度のアンモニア蒸気を、アンモニア蒸気供給配管系統9によって脱硫塔1に供給する。この結果、本発明によれば、従来有効に活用されていなかったアンモニア蒸留塔塔底抜き出し液およびフォサム法脱アンモニア設備における余剰の熱の両者を有効に活用すると共に、高濃度のアンモニア蒸気の供給によって脱硫吸収液中のアンモニア濃度が増加し、脱硫効率を向上することができる。

【0037】なお、以上は、前記した図1、図2に例示した、脱硫設備の後工程として脱アンモニア設備を配設したコークス炉ガスの精製方法、精製設備について述べたが、本発明は、本発明の基本的構成、原理から、脱アンモニア設備の後工程として脱硫設備を配設したコークス炉ガスの精製方法、精製設備にも適用可能である。

#### 【0038】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいてさらに具体的に説明する。前記した図1に示すコークス炉ガスの精製設備を用いてコークス炉ガスの精製を行った。なお、コークス炉ガスの処理量は、 $75000\text{Nm}^3/\text{h}$ で、アンモニア濃縮装置6としては、熱交換器の内部に高温のアンモニアストリッパ塔底ボトム液の流通パイプ（フィン付蛇管）8を配設しその外部にアンモニア蒸留塔塔底ボトム液を流通する間接熱交換器を用いた。

【0039】本実施例においては、脱アンモニア設備のアンモニアストリッパ4の塔底から流出する高温のボトム液（リン酸二水素アンモニウム水溶液）を熱源として、アンモニア蒸留塔5のボトム液中のアンモニアを蒸発せしめ、得られた高濃度のアンモニア蒸気を、脱硫吸収液再生塔2へ供給した。その結果、脱硫吸収液中の遊

離アンモニアの濃度が従来の約 $10\text{g/l}$ から約 $15\text{g/l}$ に増加し、脱硫率（ $\text{H}_2\text{S}$ 除去率）が従来の約90%から約95%に向上した。

【0040】なお、上記した実施例においては、脱硫設備の後工程として脱アンモニア設備を配設したコークス炉ガス精製設備における試験結果について述べたが、本発明は、本発明の基本的構成、原理から、脱アンモニア設備の後工程として脱硫設備を配設したコークス炉ガスの精製方法、精製設備にも適用可能である。

#### 【0041】

【発明の効果】本発明によれば、下記の優れた効果を得ることが可能となった。

(1) 脱硫吸収液の脱硫性能の向上：アンモニア蒸留塔塔底抜き出し液からアンモニアを回収することによって、硫化水素、炭酸ガス、シアン化合物などの脱硫効率の低下を招く不純物を含まない高濃度のアンモニア蒸気を得られる。

【0042】上記で得られた高濃度のアンモニア蒸気を脱硫吸収液に添加することによって、脱硫吸収液の脱硫性能を向上することができる。

(2) 廃液、余剰の熱の有効利用：従来有効に活用されていなかったアンモニア蒸留塔塔底抜き出し液およびフォサム法脱アンモニア設備における余剰の熱の両者を有効に活用することができる。

【0043】(3) 脱硫法としてダイヤモンド法を用いたコークス炉ガスの精製方法、精製設備において、アンモニアを蒸気の状態脱硫吸収液再生塔に供給することによって、脱硫吸収液再生塔のストリッピング蒸気が削減できる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のコークス炉ガス精製設備の一例を示すフローシート（側面図）である。

【図2】本発明のコークス炉ガス精製設備の一例を示すフローシート（側面図）である。

#### 【符号の説明】

- 1 脱硫塔
- 2 脱硫吸収液再生塔
- 3 アンモニア吸収塔
- 4 アンモニアストリッパ
- 5 アンモニア蒸留塔
- 6 アンモニア濃縮装置（：間接熱交換器）
- 7、9 アンモニア蒸気供給配管系統
- 8 アンモニアストリッパ塔底ボトム液の流通パイプ
- 10 固液分離装置
- 11 廃液処理装置
- 12 硫黄
- f1 コークス炉ガス（：COG）の流通方向
- f2 脱硫吸収液の送液方向
- f3 アンモニアストリッパ塔底ボトム液の送液方向
- f4 アンモニア蒸留塔塔底ボトム液の送液方向

(7)

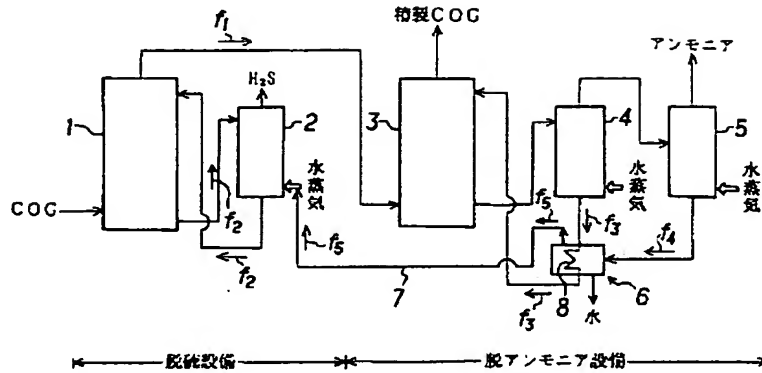
特開2001-81479

11

12

f<sub>5</sub> 高濃度のアンモニア蒸気の流通方向

【図1】



【図2】

